

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—3030

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 03 B 37/00  
G 02 B 5/14

識別記号

庁内整理番号  
6602—4G  
L 7370—2H

③ 公開 昭和59年(1984)1月9日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ 赤外光ファイバ母材の製造方法

① 特 願 昭57—108377

② 出 願 昭57(1982)6月25日

⑦ 発 明 者 三田地成幸

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社

茨城電気通信研究所内

⑧ 発 明 者 宮下忠

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

⑨ 出 願 人 日本電信電話公社

⑩ 代 理 人 弁理士 杉村暁秀 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 赤外光ファイバ母材の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 複数個に分割し得る縦割れ構造を有する筒型の内部に円柱形中空部を有し、この円柱形中空部の中心に細線を位置せしめ、溶融したクラッド用ガラス融液を細線の周囲に流し込み、この細線を引き抜いて生じた細い中空部にコア用ガラス融液を充てんして、コア・クラッドの導波構造を有する赤外光ファイバ用母材を得ることを特徴とする赤外光ファイバ母材の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、2～8 μm 帯の赤外線を送信することができるフッ化物ガラス光ファイバ用母材の製造方法に関する。

従来の光ファイバ用母材は二酸化珪素 (SiO<sub>2</sub>) 系ガラスを主構成素材としているが、このガラス素材は Si-O 結合の振動に起因する赤外吸収を有する。このため、レーリー散乱損失と赤外吸収損

失との谷間に存在する低損失の波長域は可視域から近赤外域 (波長 0.6～1.7 μm) に限られ、それより長波長の波長領域においては低損失の光ファイバを得ることができなかつた。一方、これまでの技術知識によれば、レーリー散乱は波長の4乗に逆比例して低減するので、酸化珪素に比べて赤外吸収端が長波長側に位置するガラス素材で母材 (プリフォーム) を形成できれば、このようなプリフォームを線引きして光ファイバを作製することにより、いつそう低損失化を図ることができる。

一方、長距離の伝送は単一モード光ファイバで行う必要があり、そのときに 2 μm より長波長の赤外光を送信するならば、従来の石英系単一モード光ファイバのコア径の 2 倍以上にフッ化物系単一モード光ファイバのコア径を設定でき、そのファイバ間の結合は極めて容易になる。

従つて、赤外線透過材料に最適な単一モード光ファイバ用プリフォームの形成法の出現が要望されている。

通信用の光ファイバは屈折率の高いコアを、より屈折率の低いクラッドで被覆する導波構造を有しているが、現在、導波構造を有する赤外線伝送用光ファイバとして知られているものとしては、 $\text{AgCl}$  によるクラッドと  $\text{Ag}(\text{O} \cdot \text{Br})$  によるコアとの組合わせ、 $\text{Te}(\text{BrI})$  によるコアとプラスチッククラッドとの組合わせ等による多結晶質光ファイバがあるが、これらの多結晶質光ファイバの場合には、粒界散乱損失の影響のため極低損失光ファイバの作製は本質的に不可能である。また  $\text{O}_2\text{O}_4$  液体コアと  $\text{SiO}_2$  クラッドとによる光ファイバも知られているが、長尺光ファイバの作製およびその接続の点で大きな問題がある。

またフッ化物ガラスは前記各種のファイバ材料がもつ欠点を解消し、 $2 \sim 6 \mu\text{m}$  の赤外線波長域で極低損失光ファイバを実現できる可能性が高い材料として注目されているが、導波構造を有する光ファイバ用プリフォームの製造方法については、わずかに多モード系光ファイバの作製について紹介されており (S. Mitachi, et al: Jpn. J. Appl. Phys.

20(1981), L887. S. Mitachi, et al: Electron. Letters 17(1981), 591)、単一モード光ファイバの製造方法については特に紹介されていない。またフッ化物ガラスは一般に二酸化珪素系ガラスと比較すると、ガラス変形温度付近において、粘性変化が急激であるので、二酸化珪素系光ファイバ用プリフォームの製造方法である内付け法または軸付け法を、そのまま適用できないことは明らかである。

本発明は前述した現状に鑑みてなされたもので、その目的は、先行技術の欠点を解決し、波長  $2 \sim 6 \mu\text{m}$  の赤外線を伝送することができ、かつ極低損失化の可能なフッ化物ガラスを素材とする赤外ファイバ用母材を製造できる方法を提供することにある。

このような目的を達成するために、本発明による赤外光ファイバ母材の製造方法では、複数個に分割し得る縦割れ構造を有する鋳型の内部に円柱形中空部を有し、この円柱形中空部の中心に細線を位置せしめ、溶融したクラッド用ガラス融液を細線の周囲に流し込み、この細線を引き抜いて生

じた細い中空部にコア用ガラス融液を充てんして、コア-クラッドの導波構造を有する赤外光ファイバ用母材を得ることを特徴とする。

本発明による母材の製造方法は、基本的には金属製の細線を鋳型の中心部に立て、用いるガラスのガラス転移温度付近に予加熱し、ここにクラッド融液を流し込み、即座に金属細線を引き抜く。このときに金属細線に電流を流すことによる直接加熱で引き抜く方法は有効である。次に細線を引き抜いて生じた細孔にコアガラス融液を流し込みアールして、鋳型よりコア-クラッドの導波構造を有する赤外光ファイバ用母材を得る。

本発明において使用される鋳型を図面を参照して説明する。第1図は鋳型の側面図を示し、第2図は第1図の X-X' 線における鋳型の断面図を示す。

鋳型の外枠 1 は第2図で示される外枠分割体  $2$ ,  $2'$ ,  $2''$  として示される複数個 (第2図の例では 3 個) に分割し得る縦割れ構造を有し、外枠分割体  $2$ ,  $2'$ ,  $2''$  を緊締するリング 3、外枠分割体  $2$

$2'$ ,  $2''$  の下端部を収容し、細線 6 を垂直に保持する底蓋 4 から構成され、リング 3 により外枠分割体  $2$ ,  $2'$ ,  $2''$  を緊締することにより、中空部 5 を形成する。外枠分割体は第2図に示した 3 個の分割体のほかに、2 個または 4 個以上の適宜個数の分割体とすることができる。外枠 1 を形成するこれらの分割体  $2$ ,  $2'$ ,  $2''$  は金属製、例えば黄銅製または非金属製、例えば炭素製とすることができ、フッ化物ガラスに対して耐食性をもち、しかも離型性が良好であることを要する。

本発明を第1図および第2図に示した鋳型を用いて実施する場合について説明する。

第1図および第2図で示された黄銅製鋳型の円柱形中空部の中心に、金線または白金線を垂直に立てこれを用いるガラス転移温度付近で予加熱しておく。これと並行して、金るつばにてコア用フッ化物ガラス、クラッド用フッ化物ガラスを溶融する。まずクラッド融液を前記の黄銅製鋳型の中空部と中心の白金線との間にキャスティングし、すばやく中心に立てた金線または白金線を下方に

引き抜く。この際にあらかじめ電流を流して、金線または白金線を加熱してクラッド融液と金線との固化付着を防止することは極めて有効である。白金線を引き抜きながら上部からコア融液を流し込んで、細いコア部分を有するコア-クラッドの導波構造を有する母材を得る。これをアニールして応力の発生を防止し、成形完了後、外枠分割体2, 2', 2''を外して、第8図に示すようなコア用ガラス部位とクラッド用ガラス部位とからなる光ファイバ用母材を得る。

次に本発明をその実施例について説明するが、本発明はこれによりなんら限定されるものではない。

#### 実施例 1

組成が59.2モル%  $ZrF_4$  (25g)-31.0モル%  $BaF_2$  (18.75g)-3.8モル%  $GdF_3$  (2.04g)-6モル%  $AlF_3$  (0.985g) からなるクラッド用混合物に10gの  $NH_4F \cdot HF$  を秤量混合し、乳鉢で粉碎混合した。これを金るつばに導入し、電気炉を用いて400℃で80分間加熱し溶解した。これと並行して、組

クラッドの比屈折率差は0.33%であり、またクラッド-コア径比は8.6で、多モード用のフッ化物光ファイバ用母材が得られた。

#### 実施例 2

組成が59.2モル%  $ZrF_4$  (25g)-31.0モル%  $BaF_2$  (18.75g)-3.8モル%  $GdF_3$  (2.04g)-6モル%  $AlF_3$  (0.985g) からなるクラッド用混合物に10gの  $NH_4F \cdot HF$  を秤量混合し、乳鉢で粉碎混合した。これを金るつばに導入し、電気炉を用いて400℃で80分間加熱し、原料の完全なフッ素化を行い、次に900℃で2時間加熱し、溶解した。これと並行して、組成が60.48モル%  $ZrF_4$  (25g)-31.68モル%  $BaF_2$  (18.8g)-3.84モル%  $GdF_3$  (2g)-4モル%  $AlF_3$  (0.844g) からなるコア用混合物に10gの  $NH_4F \cdot HF$  を秤量し、乳鉢で粉碎混合した。これを金るつばに導入し、電気炉を用いて400℃で80分間加熱し、原料の完全なフッ素化を行い、次に900℃で2時間加熱溶解した。

第1図および第2図に示したように、鋳型の中央に1.2mmφの白金線を垂直に立て、これを

成が61.7モル%  $ZrF_4$  (25g)-32.4モル%  $BaF_2$  (18.8g)-3.9モル%  $GdF_3$  (2g)-2モル%  $AlF_3$  (0.82g) からなるコア用混合物に10gの  $NH_4F \cdot HF$  を秤量混合し乳鉢で粉碎混合した。

これを金るつばに導入し、電気炉を用いて400℃で80分間加熱し、原料の完全なフッ素化を行い、次に900℃で2時間加熱溶解した。

第1図および第2図に示したように鋳型の中央に2.5mmφの金線を垂直に立て、これを800℃であらかじめ加熱し、ここに、まずクラッド用ガラス融液を流し込んだ。直後に、金線をすばやく引き抜きながらコア融液をキャスティングして、中央部にコア用ガラス融液を充てんした。この際に金線を高速回転させると、引き抜きが容易にできることがわかった。

その後80時間にわたってアニールし、その後24時間かけて室温に戻した。その結果、クラッドガラスの外径は9mmφで、コア径2.5mmφの長さ120mmの母材が得られた。

この母材を線引きして得た光ファイバのコアと

800℃であらかじめ加熱し、ここに、まずクラッド用ガラス融液を流し込んだ。この際に白金線に電流を流して白金線を加熱し、引き抜きながらコア融液をキャスティングして、中央部にコア用ガラス融液を充てんした。その後80時間にわたってアニールし、24時間かけて室温に戻した。その結果、クラッドガラスの外径は9mmφで、コア径は1.2mmφの長さ120mmの母材が得られた。

この母材を線引きして得た光ファイバのコア径は20μm、クラッド径は150μmで、比屈折率差は0.17%であり、25μm帯で単一モードとなるフッ化物光ファイバ用母材が得られた。

#### 応用例 1

実施例1および実施例2で得られた母材に、それぞれテフロンFEPコート管を被覆し、通常のゾーンメルトによるロッド線引きを行い、第8図および第4図に示すような外径200μm、クラッド径150μm、コア径42μm、比屈折率差0.33%の多モード光ファイバおよび外径200μm、クラッド径150μm、コア径20μm、比屈折率差

0.17%の単一モード光ファイバ(カットオフ波長 $2.2\mu\text{m}$ )が得られた。これらの光ファイバはいずれも波長帯 $2.8\mu\text{m}$ 帯で、 $1.0\text{ dB/m}$ 以下の低損失な窓を有する赤外線伝送用光ファイバであった。これはコア-クラッドの界面が光学的にスムーズに融着し、問題となるコア-クラッドの界面不整による散乱損失が減少して低損失な光ファイバが得られていることを示している。

本発明の製造方法を用いることにより、中心部に立てる金線、白金線の径を変えて、コア径を自由に制御できることから、多モードから単一モードまでの階段状屈折率分布を有するフッ化物光ファイバが作製できた。

以上説明したように、本発明の赤外光ファイバ母材の製造方法によれば、コア-クラッドの界面が光学的にスムーズな状態で導波構造を形成でき、また比屈折率差、クラッド径/コア径比も任意の範囲に設定できる。従つてステップ型の屈折率分布を持つ多モードおよび単一モードの赤外線伝送用フッ化物光ファイバの母材を極めて簡単に製造

できる。

その結果、赤外線を用いた温度センサーやイメージ伝送等に利用できるのみならず、コア径の大きな単一モード光ファイバの作製が容易となり、ファイバ間の結合が容易にできる長距離伝送に応用できるという利点がある。

#### 4. 図面の簡単な説明

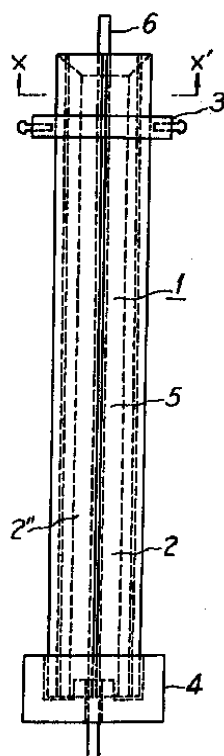
第1図は本発明を実施する際に使用する鋳型の一具体例を示す側面図、

第2図は第1図のX-X'線における断面図、

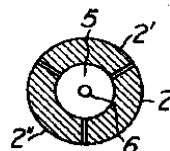
第3図および第4図は本発明の製造方法により得られた母材の一例を示す断面図と屈折率分布を示す図である。

1…外枠、2, 2', 2''…外枠分割体、3…リング、4…底蓋、5…中空部、6…白金線または金線、7, 10…プリフォーム断面、8, 11…屈折率分布に対応するプリフォーム上の位置、9…実施例1で得られた多モードファイバの屈折率分布、12…実施例2で得られた単一モードファイバの屈折率分布。

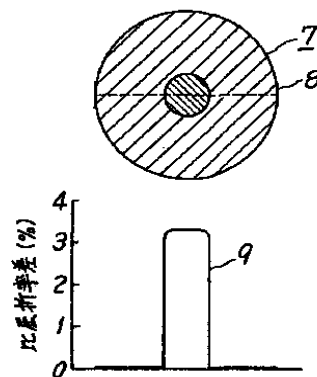
第1図



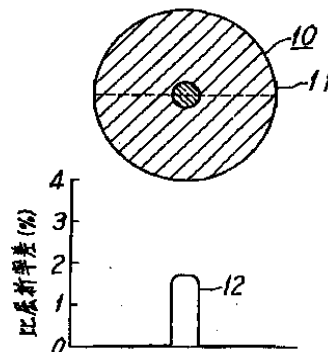
第2図



第3図



第4図



**PAT-NO:** JP359003030A  
**DOCUMENT-IDENTIFIER:** JP 59003030 A  
**TITLE:** MANUFACTURE OF BASE MATERIAL  
FOR INFRARED OPTICAL FIBER  
**PUBN-DATE:** January 9, 1984

**INVENTOR-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
MITACHI, NARIYUKI	
MIYASHITA, TADASHI	

**ASSIGNEE-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
NIPPON TELEGR & TELEPH CORP	N/A

**APPL-NO:** JP57108377  
**APPL-DATE:** June 25, 1982

**INT-CL (IPC):** C03B037/00 , G02B005/14

**US-CL-CURRENT:** 65/430

**ABSTRACT:**

**PURPOSE:** To manufacture a base material for an infrared optical fiber having a core-clad waveguide structure, by erecting a fine wire at the center of a casting mold, pouring a melt for a clad, pulling out the wire, and filling molten glass for a clad into the resulting small cavity.

CONSTITUTION: A casting mold is composed of an outer frame 1 divided into a plurality of parts 2, 2', 2" and a ring 3 for clamping the frame 1. A fine metallic wire 6 of platinum or the like is erected at the center of the inner hollow 5 of the mold with a bottom cover 4 in-between, and molten glass for a clad is poured into the hollow 5. The wire 6 is heated beforehand by directly supplying an electric current or by other method, and it is pulled out immediately after pouring the molten glass. Molten glass for a core is filled into the resulting small cavity and annealed so as to prevent the production of stress. After finishing the molding, the parts 2, 2', 2" are detached to obtain a base material for an infrared optical fiber. By this method, a fluoride glass base material for an optical fiber capable of transmitting infrared rays having about 2~6  $\mu\text{m}$  wavelengths can be manufactured.

COPYRIGHT: (C)1984,JPO&Japio